



Комитет по делам
изобретений и открытий
при Совете Министров
СССР

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

352444

Зависимый от патента № —

Заявлено 08.V.1970 (№ 1424903/23-5)

М. Кл. В 01J 13/02
С 08j 1/46

Приоритет —

Опубликовано 21.IX.1972. Бюллетень № 28

УДК 678.024(088.8)

Дата опубликования описания 6.X.1972

Авторы
изобретения

Иностранцы
Массимо Каланчи, Массимилиано Машерпа и Мартино Магни
(Италия)

Заявитель

Иностранная фирма
«Юранд С.п.А.»
(Италия)

ВСЕСОЮЗНАЯ
ПАТЕНТО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МИКРОКАПСУЛ

1

Изобретение касается получения микрокапсул.

Известны способы предотвращения явления агломерации в процессе микрокапсулирования путем введения сополимеров из маленинового ангидрида.

Процесс микрокапсулирования представляет собой диспергирование или эмульгирование материала ядра в полимерном материале оболочки с последующей коацервацией водного золя гидрофильного, образующего пленку, коллоидного вещества, содержащего практически водонерастворимое вещество, эмульгированное или диспергированное в виде мельчайших капелек. В процессе коацервации, эмульсия или суспензия поддерживается в состоянии колебания (перемешивания), и после этого при перемешивании охлаждается до температуры ниже температуры образования желатины из пленкообразующего коллоидного вещества.

После охлаждения полученной суспензии или эмульсии стеки капсулы затвердевают. Если микрокапсулируемый основной материал чувствителен к кислоте, стадия затвердевания должна быть осуществлена в щелочной среде, предпочтительно создаваемой альдегидом таким, как формальдегид как наиболее экономичный материал для этой обработки. Однако на этой стадии наблюдается сильная тенден-

2

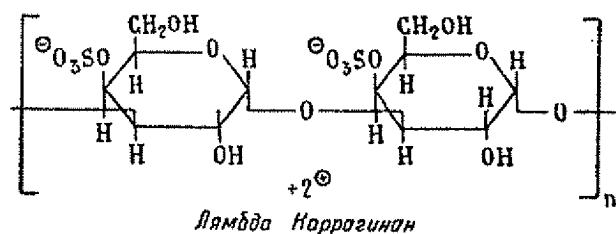
ция капсул к агломерации, в особенности, когда индивидуальные капсулы или группы капсул имеют очень маленький диаметр, например около 100 μm , но агломерация возможна и при большем диаметре капсул или группы капсул.

Если такие капсулы или группы капсул нужно использовать в качестве покрытий для бумаги, инкапсулируемые частицы должны быть профильтрованы или пропущены через сито, чтобы удалить агломерированные группы капсул и получить их одного нужного размера для нанесения на бумагу. В промышленном масштабе это крайне длительная, а также дорогостоящая операция из-за высокой стоимости сит, которые необходимо часто промывать и заменять, в результате чего замедляется процесс покрытия бумаги.

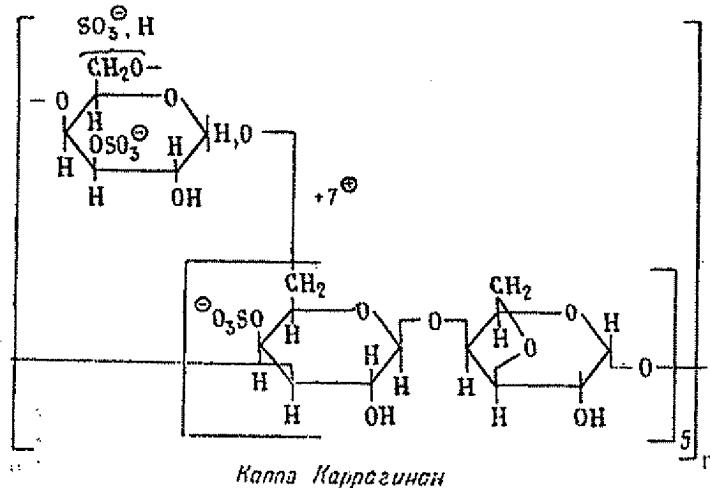
Для предотвращения агломерации следует перед стадией затвердевания добавлять антиагломерирующий или антиспекающий агент. Для этих целей известно применение сополимеров из маленинового ангидрида таких, как поливинилметиловый эфир — малениновый ангидрид или полиэтилен — малениновый ангидрид.

Предлагается способ получения микрокапсул, по которому перед повышением pH в дисперсию вводят антиагломерирующий агент, выбранный из группы природных коллоидов,

содержащей лямбда Каррагинан, каппа Каррагинан следующих формул:



Лямбда Каррагинан



Каппа Каррагинан

Для микрокапсулирования могут быть применены или одна фракция, или комбинация обеих фракций, кроме того, могут быть использованы пектаны, агар-агар и гуммиабика.

Ниже приведены примеры, иллюстрирующие предлагаемый способ, но не ограничивающие его.

Пример 1. Приготавливают раствор из 55,5 г гуммиабика в 500 мл воды при 45°C. Гуммиабик в воде образует отрицательно заряженные ионы. Готовят также другой раствор из 55,5 г желатины из свиной кожи с изоэлектрической точкой при pH около 9 и 500 мл воды при 45°C. В этом растворе эмульгируют 80 г толуола. Эмульсию и раствор смешивают, причем температуру смеси поддерживают выше температуры образования геля при желатинообразовании. Смесь разбавляют 4000 г воды, нагревают до 45°C. К разбавленной водой смеси прибавляют 32 г 5%-ного водного раствора сополимера поливинилметилового эфира или малеинового ангирида. К коацервируемой смеси при pH 9 или выше и при 45°C приливают по каплям 20%-ный водный раствор уксусной кислоты, непрерывно перемешивая до тех пор, пока значение pH среды не достигнет 6. При этом происходит отложение масляных капелек — жидких стенок капсул. Далее при 45°C и перемешивании pH снижают до 4,2 20%-ным водным раствором уксусной кислоты, вызы-

35 вая коацервативное отложение фракций полимерного вещества (при pH 6 оно не отлагается вокруг капсул).

Для предотвращения агломерирования в дисперсию затвердевающих капсул, пока смесь остается еще холодной до повышения pH до 9,5—10,0, вносят 550 мл 0,5%-ного водного раствора Каррагинана, при этом сополимер связывается с некоацервируемой желатиной, делая ее способной быть агломерирующим агентом. Затем водный раствор перемешивают несколько часов, после чего раствор выдерживают в течение 12 час при постоянном перемешивании для достижения комнатной температуры (примерно до 22°C или несколько выше).

Готовые капсулы отфильтровывают и промывают.

Пример 2. Приготавливают один галлон эмульсии масла в воде, содержащей 20 вес. ч. трихлордифенила и 3,3-бис-(*n*-диметиламинофенил)-6-диметиламинофталида и 100 вес. ч. 10%-ного раствора желатины свиной кожи в воде. Эмульгирование продолжают до тех пор, пока размер капли масла не достигнет величины 2—5 мк. Эмульсию выдерживают при температуре 50°C для того, чтобы предотвратить гелеобразование желатины. Поддерживая температуру 50°C, вызывают процесс коацервации путем медленного и непрерывного прибавления одной четырнадцатой части галлона 20%-ного раствора сульфата натрия в воде. В процессе коацервации молекулы

желатины равномерно обволакивают каждую каплю масла, служащую в качестве ядра. Нагретую коацервирующую смесь выливают при перемешивании в 10 галлонов 7%-ного раствора сульфата натрия в воде при 19°C. В этом случае происходит инкапсулирование масла со студневидным гидрофильным веществом.

Если микрокапсулы нужно применить в качестве покрытия для бумаги, то они могут быть сконцентрированы и затем нанесены на бумагу, после чего высушены на воздухе при температуре ниже температуры плавления гелевого комплекса. При покрытии бумаги желательно быстрое высушивание, стадия отверждения необязательна.

Стадия получения затвердевшего продукта капсулирования из коацервированной супензии требует предварительного доведения pH супензии капсулируемого материала до 9—11 с использованием гидроокиси натрия, а также применения водного раствора формальдегида для ускорения затвердевания. Для предотвращения агломерации в дисперсию капсул перед повышением pH до 9,0—11,0, в период, пока смесь остается еще холодной, вводят 3140 мл 0,5%-ного (по весу) водного раствора Каррагинана, сополимер которого будет связываться с некоацервированной желатиной, делая ее неэффективной в качестве агломерирующего агента. Водный раствор перемешивают несколько часов, затем его выдерживают 12 час при постоянном перемешивании, чтобы температура раствора повысилась до комнатной.

В случае необходимости готовые капсулы отфильтровывают.

Пример 3. Опыт проводят по примеру 1, но прежде чем pH достигнет величины 0,5—10,0 и пока смесь будет еще холодной, в качестве антиагломерирующего агента в дисперсию капсул вводят 10 мл 5%-ного по весу водного раствора пектанов. Пектаны соединяются с некоацервированной желатиной и сделают ее неэффективным агломерирую-

щим агентом. Используемые пектаны имеют следующие характеристики: содержание метоксигрупп 8,3—10,3% вес., титр по крайней мере 85% (рассчитан на основе галактуроновой кислоты).

Пример 4. Опыт проводят по примеру 1, но прежде чем pH достигнет величины 9,5—10,0 и пока смесь еще будет холодной, в качестве антиагломерирующего агента в дисперсию капсул вводят 300 мл 1%-ного водного раствора гуммиарабика. Гуммиарабик соединится с некоацервированной желатиной и сделает ее неэффективным агломерирующим агентом. Используемый гуммиарабик имеет следующую характеристику: pH 25%-ного раствора 4,5, влажность 8%.

Пример 5. Опыт проводят по примеру 1, но прежде чем pH достигнет величины 9,5—10,0 и пока смесь будет еще холодной, в качестве антиагломерирующего агента в дисперсию капсул вводят 300 мл 1%-ного водного раствора агар-агара. Агар-агар соединится с некоацервированной желатиной и сделает ее неэффективным агломерирующим агентом. Используемый агар-агар имеет следующую характеристику: фракция, нерастворимая в HCl, не превышает 5%, весовые потери не более 20%.

30 Предмет изобретения

Способ получения микрокапсул путем диспергирования несмешивающегося с водой масла или органического растворителя в гидрофильном коллоидном полимерном материале оболочки с последующим повышением pH и коацервацией, отличающийся тем, что, с целью предотвращения явления агломерации, перед повышением pH в дисперсию микрокапсул вводят антиагломерирующий агент, выбранный из группы природных коллоидов, содержащей лямбда Каррагинан, калла Каррагинан, пектаны, гуммиарабик и агар-агар.

Составитель Л. Жукова

Редактор Л. Ушакова

Техред Л. Богданова

Корректоры: Е. Давыдкина
и В. Петрова

Заказ 3337/15

ЦНИИПИ Комитета по делам изобретений и

Изд. № 1355

открытий при Совете Министров СССР

Тираж 406

Подписанное

Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Салунова, 2